

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2015-536385

(P2015-536385A)

(43) 公表日 平成27年12月21日(2015.12.21)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
B 2 2 F 1/02 (2006.01)	B 2 2 F 1/02	B 4 K 0 1 7
B 2 2 F 9/24 (2006.01)	B 2 2 F 9/24	F 4 K 0 1 8
H O 1 B 5/00 (2006.01)	H O 1 B 5/00	E 5 G 3 0 1
H O 1 B 1/22 (2006.01)	H O 1 B 5/00	K 5 G 3 0 7
H O 1 B 1/00 (2006.01)	H O 1 B 1/22	A

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 37 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2015-538574 (P2015-538574)
 (86) (22) 出願日 平成25年10月29日 (2013.10.29)
 (85) 翻訳文提出日 平成27年6月26日 (2015.6.26)
 (86) 国際出願番号 PCT/GB2013/052817
 (87) 国際公開番号 W02014/068299
 (87) 国際公開日 平成26年5月8日 (2014.5.8)
 (31) 優先権主張番号 61/719,700
 (32) 優先日 平成24年10月29日 (2012.10.29)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)
 (31) 優先権主張番号 61/772,343
 (32) 優先日 平成25年3月4日 (2013.3.4)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)
 (31) 優先権主張番号 61/781,338
 (32) 優先日 平成25年3月14日 (2013.3.14)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 598085065
 アルファ・メタルズ・インコーポレイテッド
 Alpha Metals, Inc.
 アメリカ合衆国、07080 ニュー・ジ
 ャージー州、サウス・ブレインフィールド
 、コーポレート・ブルバード、109
 (74) 代理人 100100158
 弁理士 鮫島 睦
 (74) 代理人 100132263
 弁理士 江間 晴彦
 (74) 代理人 100068526
 弁理士 田村 恭生

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 焼結粉末

(57) 【要約】

10 μmより小さい平均最大直径を有する粒状物であって、粒状物を形成する粒子の少なくともいくつか、少なくとも部分的にキャッピング剤で被覆された金属を含む粒状物、を含む焼結粉末。

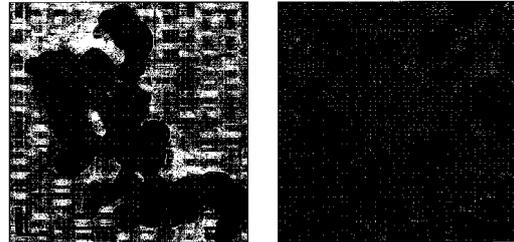


FIG. 1

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

10 μm より小さい平均最大直径を有する粒状物であって、前記粒状物を形成する粒子の少なくともいくつかは少なくとも部分的にキャッピング剤で被覆された金属を含む粒状物を含む焼結粉末。

【請求項 2】

前記キャッピング剤が、アミンおよび/またはカルボン酸官能基を含む請求項 1 に記載の焼結粉末。

【請求項 3】

前記キャッピング剤が、直鎖または分岐鎖の脂肪族アミン、好ましくはオクチルアミンを含む請求項 1 または 2 に記載の焼結粉末。 10

【請求項 4】

前記金属が銀またはその合金を含む請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の焼結粉末。

【請求項 5】

5 重量%以下のキャッピング剤、好ましくは0.1~3重量%のキャッピング剤、より好ましくは約1重量%のキャッピング剤を含む請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の焼結粉末。

【請求項 6】

前記粒状物が、1~100nmの最大直径を有する第1の種類の粒子と、100nmより大きく50 μm までの最大直径を有する第2の種類の粒子とを含む請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の焼結粉末。 20

【請求項 7】

前記第1の種類の粒子が5~75nmの直径を有し、および/または前記第2の種類の粒子が100nmより大きく20ミクロンまで、好ましくは600nm~1ミクロンの直径を有する請求項 6 に記載の焼結粉末。

【請求項 8】

前記粒状物が、81~99重量%の第1の種類の粒子と1~19重量%の第2の種類の粒子とを含み、好ましくは85~95重量%の第1の種類の粒子と5~15重量%の第2の種類の粒子とを含む請求項 6 または 7 に記載の焼結粉末。

【請求項 9】

前記粒状物が、1~100nm、好ましくは5~75nmの平均最大直径を有する請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の焼結粉末。 30

【請求項 10】

前記粒状物が、100nm~10ミクロン、好ましくは600nm~1ミクロンの平均最大直径を有する請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の焼結粉末。

【請求項 11】

請求項 1 ~ 10 のいずれかに記載の焼結粉末を用いて形成される焼結接合部。

【請求項 12】

請求項 1 ~ 10 のいずれかに記載の焼結粉末；

バインダー；

溶媒；および

必要に応じて、活性剤および/またはレオロジー改質剤および/または界面活性剤を含む焼結ペースト。 40

【請求項 13】

前記バインダーがエポキシ系樹脂を含む請求項 10 に記載の焼結ペースト。

【請求項 14】

前記溶媒が、モノテルペンアルコールおよび/またはグリコールおよび/またはグリコールエーテル、好ましくはテルピネオールおよび/またはトリエチレングリコールを含む請求項 12 または 13 に記載の焼結ペースト。

【請求項 15】

1 ~ 15 重量%のバインダー；および/または
 1 ~ 15 重量%の溶媒；および/または
 1 重量%以下のレオロジー改質剤；および/または
 1 重量%以下の活性剤；および/または
 6 重量%以下の界面活性剤

を含む請求項 12 ~ 14 のいずれかに記載の焼結ペースト。

【請求項 16】

請求項 1 ~ 10 のいずれかに記載の焼結粉末；
 有機銀化合物；
 溶媒；および

10

必要に応じて、活性剤および/またはレオロジー改質剤および/または界面活性剤
 を含む焼結ペースト。

【請求項 17】

前記有機銀化合物が、シュウ酸銀、乳酸銀、コハク酸銀、ネオデカン酸銀、クエン酸銀
 およびステアリン酸銀の 1 つ以上を含む請求項 16 に記載の焼結ペースト。

【請求項 18】

脂肪酸、好ましくはラウリン酸、ステアリン酸および/またはクエン酸をさらに含む請
 求項 16 または 17 に記載の焼結ペースト。

【請求項 19】

過氧化物、好ましくは過酸化水素をさらに含む請求項 16 ~ 18 のいずれかに記載の焼
 結ペースト。

20

【請求項 20】

前記ペーストが実質的に樹脂を含まない請求項 16 ~ 19 のいずれかに記載の焼結ペー
 スト。

【請求項 21】

前記ペーストが、ピン転写可能であり、および/または 200 W / m K より大きい熱伝
 導率を示し、および/または 25 ~ 45 MP a のダイのせん断強度の提供することが可能
 である請求項 16 ~ 20 のいずれかに記載の焼結ペースト。

【請求項 22】

請求項 1 ~ 10 のいずれかの前記焼結粉末およびバインダーを含む焼結フィルム。

30

【請求項 23】

ダイアタッチ、ウェハ対ウェハの接合、反射層の印刷、気密封止および略気密封止、焼
 結粉末とフィルム内に形成されるバインダーとを含むフィルムのバックング層における焼
 結、ディスペンス並びに配線の製造から選択される方法における、請求項 1 ~ 10 のい
 ずれかに記載の焼結粉末または請求項 12 ~ 21 のいずれかに記載の焼結ペーストまたは請
 求項 22 に記載の焼結フィルムの使用。

【請求項 24】

請求項 1 ~ 10 のいずれかに記載の焼結粉末または請求項 12 ~ 21 のいずれかに記載
 の焼結ペーストまたは請求項 22 に記載の焼結フィルムを、接合する 2 つ以上のワークピ
 ースの近傍に供給する工程；および

40

前記焼結粉末または前記焼結ペーストまたは前記焼結フィルムを加熱して、少なくとも
 部分的に前記金属を焼結する工程
 を含む焼結接合部の製造方法。

【請求項 25】

前記加熱を、少なくとも 140 °C、好ましくは 150 °C ~ 300 °C の温度で行う請求項
 24 に記載の製造方法。

【請求項 26】

金属塩溶液を供給する工程；

前記金属塩溶液をキャッピング剤と接触させる工程；および

少なくとも部分的に前記キャッピング剤で被覆された金属粒子を析出させる工程

50

を含む請求項 1 ~ 10 のいずれかに記載の焼結粉末の製造方法。

【請求項 27】

還元剤を用いて前記析出させる工程を行う請求項 26 に記載の製造方法。

【請求項 28】

前記還元剤がヒドラジンおよび/または水素化ホウ素ナトリウムを含む請求項 27 に記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、焼結粉末、焼結ペーストおよび焼結粉末を含むフィルム並びにそれらを用いて形成される焼結接合部に関する。 10

【背景技術】

【0002】

焼結接合部は、はんだ接合部の代替手段を提供する。焼結接合部を形成する一般的な方法は、金属粉末（粉末成形体の形態である場合がある）を接合される 2 つのワークピース（または、被加工部品、work piece）の間に配置し、その後金属粉末を焼結することを含む。結果として生じる金属原子の原子拡散は、2 つのワークピースの間の接合を形成する。

【0003】

金属ナノ粉末は、電子産業において焼結接合部を形成するのに用いられており、鉛フリーはんだ付けの有用な代替手段であると考えられている。ナノ材料と対応するバルク材料との間の異なる挙動は、より高い表面積対体積比を有するナノ材料に起因すると考えられる。 20

【0004】

銀ナノ粒子を含む焼結粉末が知られている。銀ナノ粒子の原子拡散により形成される焼結接合部は、バルクの融点よりも著しく低い温度で処理することができ、高温用途に用いられることも可能である。高温安定性、高い電気伝導率および高い熱伝導率、並びに良好な機械的特性のような潜在的な利点は、そのような焼結粉末をダイアタッチ（または、ダイアタッチメント、die attachment）用途のための有望な候補にしている。しかし、そのような焼結粉末の焼結温度は、ほとんどの電子工学用途における効果的な使用のためにはまだ高過ぎる。 30

【0005】

焼結温度は、焼結の間に外部の圧力を付加することにより低下し得る。圧力を利用した銀ペーストの低温焼結は、ダイアタッチ方法として、はんだリフローに対する実行可能な代替手段であることが示されている。高圧の適用は焼結温度を著しく下げることが示されており、ダイアタッチのための所望の特性が、数分の間に焼結接合部の形成をもたらす比較的速い速度で達成できる。しかし、大きな外部からの圧力はプロセスの自動化を困難にする。さらに、大きな外部の圧力の付加は、ワークピースへの損傷をもたらす場合がある。

【0006】

様々な用途についてはんだペーストをディスペンスする（または、計量分配する、dispense）ことが知られているが、大抵はウェーブはんだ付けまたはスクリーン印刷が不可能である場合の代替手段として知られている。はんだペーストは、プリント回路板上の様々な表面実装用途、集積回路パッケージおよび電気部品コネクタにディスペンスすることができる。はんだペーストの一般的な課題は：だれ（または、印刷時のだれ、drilling）、ドット抜けおよび均一でないディスペンスを含む。柔らかいはんだおよび硬いはんだは、電子産業においてダイアタッチおよびディスペンスのために一般的に用いられる。柔らかいはんだは、温度サイクル条件下で疲労故障を起こし易い。一方、硬いはんだおよびガラスマトリックス複合材は、装置がより高い接合温度で動作することを可能にするのに用いられるが、それらのより高い弾性係数および処理温度は、装置において 40 50

高い機械的応力を発生する場合があります、これらの材料はまた、比較的低い熱伝導率および電気伝導率を有する。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、先行技術に関連する課題の少なくともいくつかに取り組むこと、または少なくとも先行技術に対して商業的に受け入れ可能な代替物を提供することを試みる。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明は、10ミクロンより小さい平均最大直径を有する粒状物（または、粒状物質、*particulate*）であって、粒状物を形成する粒子の少なくともいくつかは少なくとも部分的にキャッピング剤で被覆された金属を含む粒状物を含む焼結粉末を提供する。

10

【0009】

本明細書に規定の各態様または各実施形態は、相容れないことが明確に示されない限りは、任意の他の1つ若しくは2つ以上の態様または1つ若しくは2つ以上の実施形態と組み合わせやすい。とりわけ、好ましいまたは好都合であるとして示される任意の特徴は、好ましいまたは好都合であるとして示される任意の他の特徴と組み合わせやすい。

【0010】

本明細書に用いられる用語「焼結粉末」は、焼結接合部を形成することができる粉末を包含し得る。焼結接合部は、接合される2つのワークピースの間に配置された金属粒子の原子拡散により形成される。用語「焼結粉末」は粒状物を包含し得る。焼結粉末は、（例えば球のような）正規な形状の（または、規則的な形状の、*regular shaped*）粒子、または（例えば、ウイスカ、板、棒、または薄片のような）正規でない形状の（または、不規則な形状の、*irregular shaped*）粒子を含んでよい。

20

【0011】

本明細書に用いられる用語「キャッピング剤」は、金属粒子の表面に存在する場合、金属粒子の凝集を減らす化学種、粉末製造の間の粒径の制御を可能にする化学種および粒子の表面の酸化または他の汚染を減らす化学種を包含し得る。

【発明の効果】

30

【0012】

本発明者らは驚くべきことに、本明細書に記載の焼結粉末は、非常に低い圧力のみでの付加により（通常は実質的に圧力なし）、低温で焼結し得ることを見出した。結果として、焼結粉末を用いるワークピース間の焼結接合部の形成が、ワークピースへの損傷を減少しつつ起こり得る。加えて、高圧の付加が必要とされないため、焼結接合部の形成が簡素化され、より容易に自動化され得る。

【0013】

好都合なことに、キャッピング剤の使用は、粒状物を構成する粒子の凝集を減らすことを助け得る。凝集は焼結粉末の焼結温度を上昇させるため、そのような凝集は好ましくない。従って、キャッピング剤の使用は低温におけるワークピース間の焼結接合部の形成を可能にし、それ故に、高い焼結温度へ曝すことにより引き起こされるワークピースへの損傷を減らすことを助け得る。加えて、キャッピング剤の使用は、例えば空気へ金属を曝すことにより引き起こされる損傷のような金属の劣化を防ぐことを助け得る。

40

【0014】

粒状物は、10ミクロンより小さい平均最大直径を有する。一般的には粒状物を形成する粒子の大部分が10ミクロンより小さい最大直径を有し、より一般的には実質的に粒状物を形成する粒子は全て10ミクロンより小さい最大直径を有する。粒状物を形成する粒子が球状である場合、最大直径は球の直径であるだろう。粒状物を形成する粒子が正規でない形状である（または、不規則な形状である、*irregularly shaped*）場合、最大直径は粒子の最長寸法であるだろう。

50

【0015】

粒状物が10ミクロンより小さい平均最大直径を有するため、粒状物を形成する粒子は高い表面積対体積比を示す。高い表面積対体積比は焼結粉末の焼結温度を下げる働きをし得るため、そのような高い表面積対体積比が特に望ましい。本明細書に言及される平均最大直径は、シェラーの式を利用してX線回折を用いて算出されてよい。

【0016】

本明細書に記載の焼結粉末において、粒状物を形成する粒子の少なくともいくつかは、少なくとも部分的にキャッピング剤で被覆された金属を含む。一般的には、粒状物を形成する粒子の多数は、少なくとも部分的にキャッピング剤で被覆された金属を含み、より一般的には実質的に粒状物を形成する粒子は全て少なくとも部分的にキャッピング剤で被覆された金属を含む。一般的には、金属は実質的にキャッピング剤で被覆され、より一般的には完全にキャッピング剤で被覆される。金属粒子におけるキャッピング剤の被覆率の増加は、金属粒子の凝集をさらに減らすことを助け得て、それ故に、焼結温度をさらに下げる。

10

【0017】

粒状物を形成する粒子の少なくともいくつかは金属を含む。粒子は全て同じ金属を含んでよい。あるいは、粒子のいくつかは異なる金属を含んでよい。加えて、個々の粒子は2つ以上の異なる金属を含んでよい。本明細書に用いられる用語「金属」は合金を包含し得る。従って、粒子は1つ以上の金属の1つ以上の合金を含んでよい。

【0018】

焼結プロセスの間、加熱はキャッピング剤を融解しまたは化学的に分解して、金属原子とキャッピング剤との間の分子結合を壊す。その後金属粒子が焼結し始める。

20

【0019】

キャッピング剤は、無機物および/または有機物であってよい。有機キャッピング剤の例は、ポリマーおよび配位子を含む。好ましくは、キャッピング剤は、アミンおよび/またはカルボン酸官能基を含む。そのようなキャッピング剤は、金属粒子との弱い結合を形成し得る。従って、結合を壊すために必要とされる温度は減少し得て、焼結温度を下げることを助け得る。アミン官能基を含むキャッピング剤はこの点において特に好ましい。

【0020】

好ましくは、キャッピング剤は直鎖のアルキルアミン(C6~C18)または分岐鎖の脂肪族アルキルアミンを含む。1つの好ましい例はオクチルアミンである。オクチルアミンは金属粒子と特に弱い結合を形成する。加えて、オクチルアミンは金属粒子の凝集を減らすのに特に効果的である。

30

【0021】

好ましくは、粒状物は、1~100nm、より好ましくは5~75nm、さらにより好ましくは5~65nmの平均最大直径を有する。そのような平均最大直径は、高い表面積対体積比を提供するのに特に効果的であり得る。1nmより小さい平均最大直径を有する粒状物は、取り扱うことが難しくなる場合があり、またより凝集し易いこともあり得る。

【0022】

粒状物は、100nm~10ミクロン、好ましくは600nm~1ミクロンの平均最大直径を有してよい。より大きな粒径は、より少ないキャッピング剤を必要とする場合があり、一般的には実質的にキャッピング剤を要しないことがあり得る。従って、結果として生じる接合部における残留有機物の減少に起因して、抵抗率は非常に低い。本発明の1つの態様において、粒状物は、100nm~10ミクロン、好ましくは600nm~1ミクロンの平均最大直径を有し且つキャッピング剤を含まない。

40

【0023】

粒状物が以上に特定した範囲の平均最大直径を有する場合、一般的には粒状物を形成する粒子の大部分はその範囲内の最大直径を有し、より一般的には実質的に粒状物を形成する粒子は全てその範囲内の最大直径を有する。

【0024】

50

粒状物は一般的には不均一な粒径を示す。例えば、最も大きい10%の粒子の平均最大直径と最も小さい10%の粒子の平均最大直径との間の差は、20nmより大きくてよく、一般的には30nmより大きくてよく、さらにより一般的には60nmより大きくてよく、なおさらにより一般的には60~150nmであってよい。おそらく粒子間の広い接触点に起因して、不均一な粒径は、焼結粉末の焼結温度を下げるのを助け得る。加えて、そのような不均一な大きさは充填率を高めることを助け得る。

【0025】

金属は、好ましくは銀またはその合金を含む。銀は優れた電気伝導率および熱伝導率を有し、それ故に高い電気伝導率および/または熱伝導率を有する焼結接合部を形成することができる。従って、銀金属の使用は、焼結粉末をダイアタッチおよびマイクロ電子パッケージのような電子工学の用途における使用に特に適したものにす。また、金属は例えば銅および金のような他の金属を含んでよい。

10

【0026】

焼結粉末は、好ましくは5重量%以下のキャッピング剤、より好ましくは0.1~3重量%のキャッピング剤、さらにより好ましくは約1重量%のキャッピング剤を含む。焼結粉末が5重量%より多くのキャッピング剤を含む場合、その結果、焼結の前にキャッピング剤を融解するためにより高い温度が必要とされる場合がある。焼結粉末が0.1重量%より少ないキャッピング剤を含む場合、その結果、キャッピング剤は金属表面を十分に覆わない場合がある。このことは、粒子の凝集の増加をもたらす場合があり、それ故に、焼結温度の増加をもたらす。

20

【0027】

粒子は、好ましくは1~100nmの最大直径を有する第1の種類の粒子と、100nmより大きく50μmまでの最大直径を有する第2の種類の粒子とを含む。より大きな直径を有する第2の種類の粒子の存在は、粒状物を形成する粒子の接触点を増加する。このことは、より良好な焼結をもたらす得て、また粉末の改善された形態をもたらす得る。従って、そのような粉末を用いて形成された接合部の温度サイクル特性が改善される。加えて、より大きな第2の種類の粒子は、一般的にはキャッピング剤を必要としない。従って、焼結粉末におけるキャッピング剤の全量が減量し得て、それにより任意の形成した接合部における残留有機物の存在を最小する。結果として、熱伝導率および温度サイクルのような温度特性が改善される。

30

【0028】

第1の種類の粒子は好ましくは5~75nmの直径を有し、および/または第2の種類の粒子は100nmより大きく20ミクロンまで、好ましくは600nm~1ミクロンの直径を有する。

【0029】

粒状物は、好ましくは81~99重量%の第1の種類の粒子と1~19重量%の第2の種類の粒子とを含み、より好ましくは、85~95重量%の第1の種類の粒子と5~15重量%の第2の種類の粒子とを含む。そのような範囲は、改善された熱伝導率と温度サイクル特性との組み合わせ、および低い焼結温度の提供に特に適している。好ましい実施形態において、粒状物は約90重量%の第1の種類の粒子と約10重量%の第2の種類の粒子とを含む。

40

【0030】

特に好ましい実施形態において、焼結粉末は、1~100nmの平均最大直径を有する粒状物であって、粒状物を形成する粒子の少なくともいくつかは少なくとも部分的に直鎖または分岐鎖の脂肪族アミン、好ましくはオクチルアミンで被覆された銀を含む粒状物を含む。

【0031】

さらなる態様において、本発明は、本明細書に記載の焼結粉末を用いて形成される焼結接合部を提供する。そのような焼結接合部は、特に高い強度および/または特に高い電気伝導率および熱伝導率を示し得る。さらに、焼結接合部は熱衝撃後のせん断強度変化をほ

50

とんど示さないことがあり得て、一般的には実質的にせん断強度は変化しない。

【0032】

さらなる態様において、本発明は、
本明細書に記載の焼結粉末；
バインダー；
溶媒；および

必要に応じて、レオロジー改質剤および/または活性剤および/または界面活性剤を含む焼結ペーストを提供する。

【0033】

ペーストは、印刷可能および/またはディスペンス可能（または、計量分配可能、dispensable）および/または噴射可能（jettable）および/またはピン転写可能であり得る。ペーストは、ディスペンスに特に好ましい粘度および流動特性を有してよく、はんだに対して1対1の代替品として用いられてよいことを意味する。

10

【0034】

一般的に、焼結粉末の狙いの焼結温度より低い温度においてペーストから（例えば蒸発および/または焼失により）取り除くことができるように、バインダーおよび/または溶媒が選択される。このことは、金属粒子のほぼ完全な焼結を促進することを助け得る。焼結の間、接合部中に有機材料が残る場合、金属粒子の不十分な焼結が起こる場合がある。このことは弱い焼結接合部をもたらすことがあり得る。

【0035】

バインダーはペーストを共に結び付ける働きをし得て、取り扱うことおよび所望の焼結接合部の位置に正確に配置することがより容易である。適当なバインダーの例は、限定されるものではないが、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、トリアセチンおよびポリ酢酸ビニルを含む。好ましくは、バインダーはエポキシ系樹脂を含む。エポキシ系樹脂はペーストを共に結び付けるのに特に効果的であり得て、ペーストは、取り扱い易くまた所望の焼結接合部の位置に正確に位置付けることがより容易である。さらに、エポキシ樹脂の使用は、焼結前により強い接合部の形成をもたらし得て、接合されるワークピースを焼結前に共に固定する必要がない。キャッピング剤がアミン官能基を含む場合、エポキシ樹脂の使用は特に好都合である。この場合、アミンは架橋構造を形成する硬化剤として働く。このことは焼結前に特に強い接合部をもたらし得る。

20

30

【0036】

溶媒は、好ましくはモノテルペンアルコールおよび/またはグリコールおよび/またはグリコールエーテル、好ましくはテルピネオールおよび/またはトリエチレングリコールを含む。モノテルペンアルコールおよび/またはグリコールは、ペースト内に金属粒子を分散するのに特に効果的であり得て、クラスター凝集および/または凝集を減少しつつ有機成分のマトリックス中の金属粒子の均一な分布をもたらす。モノテルペンアルコールおよび/またはグリコールの使用は、焼結ペーストの流動性および印刷性（または、印刷性能、印刷能力、printer-ability）を向上する働きをし得る。

【0037】

レオロジー改質剤は、ペーストの粘度を制御するために加えてよい。適当なレオロジー改質剤の例は、限定されるものではないが、Thixcin RおよびCrayvallac Superを含む。

40

【0038】

活性剤は、存在し得る任意の金属酸化物を印刷されている表面から取り除くためにおよび/または焼結粉末中に存在し得る任意の酸化物を取り除くために加えてよい。例えばアジピン酸、コハク酸およびグルタル酸のうちの一つ以上のようなアリアルカルボン酸またはアルキルカルボン酸が活性剤として用いられてよい。

【0039】

界面活性剤は、焼結ペーストにおいて焼結粉末を分散することを助けるために加えてよい。適当な界面活性剤の例は、限定されるものではないが、Disperbyk 163

50

および Triton X 100 を含む。

【0040】

焼結ペーストは、好ましくは、

- 1 ~ 15 重量%のバインダー；および/または
- 1 ~ 15 重量%の溶媒；および/または
- 1 重量%以下のレオロジー改質剤；および/または
- 1 重量%以下の活性剤；および/または
- 6 重量%以下の界面活性剤

を含む。

【0041】

バインダーおよび/または溶媒のこれらの範囲内の含有量は、焼結ペーストに特に望ましい流動性および印刷性を与えることを助け得る。好ましくは、焼結ペーストは5 ~ 8 重量%のバインダーを含む。1つの実施形態において、焼結ペーストは約6.5 重量%のバインダーを含む。好ましくは、焼結ペーストは5 ~ 8 重量%の溶媒を含む。1つの実施形態において、焼結ペーストは約6.5 重量%の溶媒を含む。焼結ペーストは、少なくとも0.1 重量%のレオロジー改質剤および/または少なくとも0.1 重量%の活性剤および/または少なくとも0.1 重量%の界面活性剤を含んでよい。

10

【0042】

さらなる態様において、本発明は、

本明細書に開示の焼結粉末；

有機銀化合物；

溶媒；および

必要に応じて、活性剤および/またはレオロジー改質剤および/または界面活性剤を含む焼結ペーストを提供する。

20

【0043】

焼結の間、有機銀化合物は金属の銀に分解してよく、焼結接合部の熱伝導率を向上し得る。加えて、有機銀化合物の存在は接合界面に対するペーストの濡れ性を向上する。有機銀化合物は、シュウ酸銀、乳酸銀、クエン酸銀、過酸化銀、ネオデカン酸銀、コハク酸銀およびステアリン酸銀のうちの一つ以上を含んでよい。いくつかの実施形態において、有機銀化合物は含まなくてよい。

30

【0044】

焼結ペーストは好ましくは、例えばステアリン酸、ネオデカン酸およびラウリン酸のような一つ以上の脂肪酸をさらに含む。脂肪酸の存在はペーストを共に結び付けることを助ける。言い換えると、脂肪酸の存在は上述で議論したエポキシ系樹脂バインダーのような別途のバインダーの必要性を回避する。従って、ペースト中の有機物の全量はより少なく、より強い最終の接合部をもたらす。

【0045】

焼結ペーストは、好ましくは過酸化物をさらに含む。適当な酸化物の例は、限定されるものではないが、過酸化水素、tert-ブチルヒドロペルオキシドおよび(2-エチルヘキサノイル)(tert-ブチル)ペルオキシドを含む。過酸化物は酸素をペーストに導入し、ダイアタッチ方法において、ダイエリアの真下のペーストの焼結を助け得る。酸素は、例えば窒素雰囲気のような不活性雰囲気下における金属粒子の焼結も可能にし得る。焼結ペーストは、好ましくは3 重量%以下の過酸化水素、好ましくは0.5 ~ 2 重量%の過酸化水素、より好ましくは0.7 ~ 1.8 重量%の過酸化水素を含む。液体の過酸化物は、レオロジーおよび銀の沈降を制御するのに好ましい。

40

【0046】

焼結ペーストは、例えばポリアミドのようなフィルム形成剤を含んでよい。

【0047】

焼結ペーストは、好ましくは実質的に樹脂を含まず、より好ましくは完全に樹脂を含まない。樹脂の存在は、銀の熱伝導率および電気伝導率を下げる場合がある。溶媒はプロピ

50

レンカーボネートを含んでよい。

【0048】

焼結ペーストは、好ましくは、

1～15重量%の溶媒；および/または

50重量%以下、好ましくは1～25重量%、より好ましくは2～10重量%、さらにより好ましくは3～9重量%の有機銀化合物；および/または

1重量%以下のレオロジー改質剤；および/または

1重量%以下の活性剤；および/または

6重量%以下の界面活性剤

を含む。

10

【0049】

焼結ペーストは、少なくとも0.1重量%のレオロジー改質剤および/または少なくとも0.1重量%の活性剤および/または少なくとも0.1重量%の界面活性剤を含んでよい。

【0050】

さらなる態様において、本発明は、本明細書に記載の焼結粉末およびバインダーを含む焼結フィルムを提供する。フィルムは、ウェハレベル、ダイレベル、パッケージ/基材レベル (package/substrate level) および/またはモジュールレベルに適用されてよい。そのようなフィルムは、例えば、本明細書に記載の焼結ペーストをポリエステルシート上に印刷し、加熱して少なくとも部分的に溶媒を取り除いてフィルムを形成し、その後ポリエステルシートからフィルムを取り外すことにより得られてよい。わずかに高めた温度において、本明細書に記載のフィルムに対して単にダイを押し付けることよりフィルムが移動されることができると、このフィルムは特に好都合である。移動したフィルムは代替の適用方法であり、一定の状況において有益に提供される。

20

【0051】

さらなる態様において、本発明は、ダイアタッチ (例えば、チップ対基板、チップ対基材、チップ対ヒートシンク、チップ対フィクスチャ)、ウェハ対ウェハの接合 (例えば、チップ対ヒートシンク)、反射層の印刷、気密封止および略気密封止 (例えば、パッケージ用および周辺シール用)、相互接続線 (または、配線、interconnect line) の製造 (例えば、回路、パッド)、半導体装置および基材におけるビアフィリング、並びにフリップ-チップおよびウェハバンピングから選択される方法における、本明細書に記載の焼結粉末または本明細書に記載の焼結ペースト若しくは焼結フィルムの使用を提供する。

30

【0052】

さらなる態様において、本発明は、

本明細書に記載の焼結粉末または本明細書に記載の焼結ペースト若しくは焼結フィルムを接合される2つ以上のワークピースの近傍に供給する工程；および

焼結粉末または焼結ペースト若しくは焼結フィルムを加熱して、少なくとも部分的に金属を焼結する工程

を含む焼結接合部の製造方法を提供する。

40

【0053】

好都合なことに、加熱工程は大気圧で行ってよい。焼結粉末または焼結ペースト若しくは焼結ペーストは、低圧力下 (一般的には1～5 MPaであり、約175～250 の温度において0.1～60秒間) でワークピースの近傍に配置してよい。

【0054】

加熱工程は、好ましくは少なくとも140、より好ましくは150～350、さらにより好ましくは160～300の温度において行う。140より低い温度は、焼結粉末中の粒子の十分な焼結をもたらさない場合があり、並びに/または蒸発および/若しくは焼失により有機物の十分な除去をもたらさないことがあり得る。350より高い温度はワークピースへの損傷をもたらす場合がある。

50

【 0 0 5 5 】

さらなる態様において、本発明は、
 金属塩溶液を供給する工程；
 金属塩溶液をキャッピング剤と接触させる工程；および
 少なくとも部分的にキャッピング剤で被覆された金属粒子を析出させる工程
 を含む本明細書に記載の焼結粉末の製造方法を提供する。

【 0 0 5 6 】

析出した金属粒子は、例えば濾過により溶媒から回収してよい。金属塩溶液の例は、金属硝酸塩溶液である。

【 0 0 5 7 】

析出させる工程は還元剤を用いて行ってよい。還元剤は、金属粒子の析出を起こすのに特に効果的である。特に適当な還元剤は、例えばヒドラジン（例えば、ヒドラジン水和物）および水素化ホウ素ナトリウムを含む。過度のキャッピング剤は、例えばメタノールまたはアセトンのような極性溶媒を用いて洗い流してよい。

【 0 0 5 8 】

以下の非限定的な図面に関連して本発明を説明する。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 5 9 】

【図 1】図 1 は、本発明の焼結粉末の TEM 写真を示す。

【図 2】図 2 は、本発明の焼結粉末の粒径のヒストグラムを示す。

【図 3】図 3 は、本発明の焼結粉末の粉末 X 線回折パターンを示す。

【図 4】図 4 は、本発明の焼結粉末のサーモグラムを示す。

【図 5】図 5 は、本発明の焼結粉末の示差走査熱量測定 (DSC) 分析の結果を示す。

【図 6】図 6 は、印刷した本発明の焼結ペーストの形態を示す。ペーストは 80 ~ 90 μ m の高さを有する。平坦でないデポジットがあり、ドッグイア（または、隅の折れ、dog-ear）および起伏（または、うねり、凹凸、undulation）がない。

【図 7】図 7 は、本発明の焼結ペーストを用いて Si のダイと基材との間に形成した接合部の断面を示す。像は、基材と同様にダイの金属被覆（または、金属被覆層、メタライゼーション、metalization）への焼結したペーストの良好な接着を示す。

【図 8】図 8 は、本発明の未乾燥フィルムおよび自立した乾燥フィルムをフィルムの形態と共に示す。

【図 9】図 9 は、ディスペンスした本発明に係るペーストの形態のキーエンスの顕微鏡像を示す：ドット（左側）、パターン（右側）。

【図 10】図 10 は、ディスペンスした本発明に係るペーストのコーヨンの像を示す：ディスペンスしたドットの一般的な像（左側）、体積測定（右側）。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 6 0 】

以下の非限定的な実施例に関連して本発明を説明する。

【実施例】

【 0 0 6 1 】

実施例 1 - 焼結粉末の準備

焼結粉末を単相反応で準備した。硝酸銀の 3 M エチレングリコール溶液を、硝酸銀をエチレングリコールに加えて、溶液が透明になるまで 0 ~ 5 で攪拌することにより準備した。次いで、トルエン 50 % とエタノール 50 % との混合物を加えることにより、溶液を 0.3 M とした。次いで、硝酸銀溶液 (0.3 M、3.5 リットル) を、常温でオクチルアミンをトルエンに加えることにより準備したオクチルアミンのトルエン溶液 (3.5 kg、27.07 モル) に加えた。次いで、N,Nジメチルホルムアミドに溶解した 80 % ヒドラジン水和物 262.5 g (0.998 M、5.24 モル) を直ちに加えた。反応混合物を、350 rpm の速度で 45 分間攪拌し、数分間静置した。その後、無色の上澄み液を排出し、タンクの底に沈ませた銀ナノ粒子をブフナー漏斗に移し、メタノールで洗浄

10

20

30

40

50

して過剰なオクチルアミンを取り除いた。最後に、粉末をアセトンで洗浄し、常温において真空下で乾燥した。反応の収率は98%であった。

【0062】

TEM写真が得られ、図1に示される。顕微鏡写真は、銀ナノ粒子が5~60nmの範囲の大きさで均一であることを示す。さらに、顕微鏡写真は、より大きな粒の周りの非常に小さな粒子の分布を示すように見える。粒径の分布は図2に示され、二峰性であるように見える。

【0063】

図3は粉末の粉末X線回折パターンを示し、面心立方構造を示している。シェラーの式を用いて、平均粒径を約25nmと計算した。この粒径は、約20nmのD50が示される粒径解析器(マイクロトラック ナノトラック Ultra NPA253)を用いて確認した。

10

【0064】

粉末を熱重量分析(TGA)し、対応するサーモグラムが図4に示される。その結果は、粉末が約1重量%のキャッピング剤、すなわちオクチルアミンを含むことを示している。

【0065】

示差走査熱量測定(DSC)を用いて粉末の焼結温度を分析し、その結果が図5に示される。プロットは、195.2の焼結温度を36.7J/gの比熱と共に示す。プロットは、36.7J/gの比熱を伴う195.2の焼結温度を示す。

20

【0066】

実施例2 - 焼結ペーストの準備

エポキシ樹脂3gを実施例1の粉末40gに加えた。次いで、オービタルミキサーにより1000rpmで混合した。溶媒混合物(テルピネオール1.5gおよびトリエチレングリコール1.5g)3gを混合物に加え、オービタルミキサーにより1000rpmで混合した。混合後、3本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを与えた。ペーストの組成を表1に示す。

【0067】

【表1】

ペーストの組成

30

成分	重量%
銀	86.96
樹脂	6.52
溶媒混合物	6.52

【0068】

ペーストの粘着性、粘度および熱伝導率を測定し、その結果が表2に示される。粘着性は、日本工業規格(JIS)を用いてレスカのタッキング試験機TAC(II)で測定した。ペーストは、3つの円形開口の10ミルのステンシルを用いて微細なガラス側上に印刷した。プローブの浸漬速度は120mm/minであり、600mm/minの試験速度を0.2秒のプレス時間と共に用いた。ペーストの粘度は、ブルックフィールドのDVI II Ultra プログラマブルレオメータ(スピンドル CP51)を用いて測定した。熱伝導率は、ネッチのLFA447 ナノフラッシュを用いて測定した。熱伝導率Kは、以下の式：

40

$$K = \alpha \rho c_p$$

を用いて算出した。式中、 α は熱拡散率 (m^2/s)、 ρ は材料の密度 (kg/m^3)、 c_p は比熱容量 ($J/kg \cdot K$) である。実施例3、4、12および26の粘着性、粘度および熱伝導率の値は同様の方法で測定した。

50

【 0 0 6 9 】

【 表 2 】

ペーストの特性

粘着性(JIS)	105 -125 gf
粘度(2rpm)	170 (±15) (Pa-s)
熱伝導率	80 W/m K

【 0 0 7 0 】

10

実施例 3

エポキシ樹脂 4 g を、実施例 1 の粉末 40 g に加えた。次いで、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。次いで、テルピネオール 4 g を加え、オービタルミキサーによる 1000 rpm での混合を続けた。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【 0 0 7 1 】

【 表 3 】

ペーストの組成

成分	重量%
銀	83.34
樹脂	8.33
テルピネオール	8.33

20

【 0 0 7 2 】

【 表 4 】

ペーストの特性

粘着性(JIS)	120 -140 gf
粘度(5rpm)	40 (±10) (Pa-s)

30

【 0 0 7 3 】

実施例 4

エポキシ樹脂 8 g およびテルピネオール 6 . 6 7 g を、均一な溶液を得るように十分に混合し、次いで実施例 1 の粉末 40 g に加えた。次いで、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。テルピネオール 4 g を混合物に加え、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【 0 0 7 4 】

40

【 表 5 】

ペーストの組成

成分	重量%
銀	73.17
樹脂	14.63
テルピネオール	12.20

【 0 0 7 5 】

【表 6】

ペーストの特性

粘着性(JIS)	170 -220 gf
粘度(5rpm)	30 (±10) (Pa-s)

【0076】

実施例 5

エポキシ樹脂 2.5 g、溶媒混合物（テルピネオール 1.7 g およびトリエチレングリコール 1.7 g）3.4 g および Cryvallac Super 0.1 g を、均一な溶液を得るように十分に混合し、次いで実施例 1 の粉末 40 g に加えた。次いで、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

10

【0077】

【表 7】

ペーストの組成

成分	重量%
銀	86.96
樹脂	5.43
溶媒混合物	7.4
レオロジー改質剤	0.21

20

【0078】

実施例 6

エポキシ樹脂 2.7 g、溶媒混合物（テルピネオール 1.5 g およびトリエチレングリコール 1.5 g）3 g およびコハク酸 0.3 g を、均一な溶液を得るように十分に混合し、次いで実施例 1 の粉末 40 g に加えた。次いで、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

30

【0079】

【表 8】

ペーストの組成

成分	重量%
銀	86.96
樹脂	5.86
溶媒混合物	6.52
活性剤	0.66

40

【0080】

実施例 7

エポキシ樹脂 2.6 g、溶媒混合物（テルピネオール 1.5 g およびトリエチレングリコール 1.5 g）3 g、コハク酸 0.3 g および Cryvallac Super 0.1 g を十分に混合し、次いで実施例 1 の粉末 40 g に加えた。次いで、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合を行った。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0081】

【表 9】

ペーストの組成

成分	重量%
銀	86.96
樹脂	5.65
溶媒混合物	6.52
レオロジー改質剤	0.21
活性剤	0.66

【0082】

10

実施例 8

実施例 1 の粉末 40 g、エポキシ樹脂 2.88 g および Disperbyk 163 0.25 g を、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。次いで、溶媒混合物（プロピレングリコール、メチルジオールおよびテルピネオール）2.88 g を加えた。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0083】

【表 10】

ペーストの組成

成分	重量%
銀	86.94
樹脂	6.26
Disperbyk163	0.54
プロピレングリコール	1.565
メチルジオール	1.565
テルピネオール	3.13

20

【0084】

実施例 9

実施例 1 の粉末 40 g、エポキシ樹脂 2.88 g および Triton X 100 0.25 g を、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。次いで、溶媒混合物（プロピレングリコール、メチルジオールおよびテルピネオール）2.88 g を加えた。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

30

【0085】

【表 11】

ペーストの組成

成分	重量%
銀	86.94
樹脂	6.26
TritonX100	0.54
プロピレングリコール	1.565
メチルジオール	1.565
テルピネオール	3.13

40

【0086】

実施例 10

実施例 1 の粉末 40 g、エポキシ樹脂 2.88 g および Disperbyk 163 0.25 g を、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。次いで、溶媒混合物 2.88 g を加えた。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0087】

50

【表 1 2】

ペーストの組成

成分	重量%
銀	86.94
樹脂	6.26
Disperbyk 163	0.54
グリコールエステル	3.13
テルピネオール	3.13

【0088】

実施例 1 1

実施例 1 の粉末 40 g、エポキシ樹脂 2.93 g、Disperbyk 163 0.25 g およびヒドロキシプロピルメチルセルロース 0.125 g を、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。次いで、溶媒混合物（テルピネオールおよびトリアセチン）3.7 g を加えた。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0089】

【表 1 3】

ペーストの組成

成分	重量%
銀	85.1
樹脂	6.22
Disperbyk 163	0.53
ヒドロキシプロピルメチルセルロース	0.27
トリアセチン（可塑剤）	3.94
テルピネオール	3.94

【0090】

実施例 1 2

実施例 1 の粉末 40 g、エポキシ樹脂 2.35 g、Disperbyk 163 0.46 g およびポリ酢酸ビニル 0.46 g を、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。次いで、溶媒混合物（プロピレングリコール、メチルジオールおよびテルピネオール）3.72 g を加えた。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0091】

【表 1 4】

ペーストの組成

成分	重量%
銀	85.1
樹脂	5.0
Disperbyk 163	1.0
ポリ酢酸ビニル	1.0
プロピレングリコール	1.97
メチルジオール	1.97
テルピネオール	3.96

【0092】

ペーストの特性を表 1 4 に提示する。

【0093】

10

20

30

40

【表 15】

ペーストの特性 (体積抵抗率は四探針法を用いて測定した)

比熱	0.413 J/g/K
熱拡散率	48.1 mm ² /s
熱伝導率	88.7 W/m/K
体積抵抗率	2.8x10 ⁻⁵ Ω cm

【0094】

ペーストの粘着性および粘度を一定の間隔で測定してペーストの安定性を観察し、結果を表15に提示する。その結果は、ペーストが常温かつ常圧で25日間安定であることを示す。

10

【0095】

【表 16】

粘度/粘着性の経時

日数	2 r p mにおける粘度(PAS)	粘着性(g/φ)
1	164	140
10	168	149
25	170	151

20

【0096】

実施例 13

エポキシ樹脂6gを実施例1の粉末30gに加えた。次いで、テルピネオール5gを加えた。次いで、混合物をオービタルミキサーにより1000rpmで混合した。混合後、混合物を3本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0097】

【表 17】

ペーストの組成

成分	重量%
銀粉末	73.17
樹脂	14.63
テルピネオール	12.20

30

【0098】

実施例 14

エポキシ樹脂4.9gを実施例1の粉末30gに加えた。次いで、テルピネオール2gおよびトリエチレングリコール2gを加え、オービタルミキサーにより1000rpmで混合した。混合後、混合物を3本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

40

【0099】

【表 18】

ペーストの組成

成分	重量%
銀粉末	77.12
樹脂	12.60
テルピネオール	5.14
トリエチレングリコール	5.14

50

【 0 1 0 0 】

実施例 1 5

エポキシ樹脂 6 g を実施例 1 の粉末 3 0 g に加えた。次いで、テルピネオール 3 g およびトリエチレングリコール 3 g を加え、オービタルミキサーにより 1 0 0 0 r p m で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【 0 1 0 1 】

【表 1 9】

ペーストの組成

成分	重量%
銀粉末	71.44%
樹脂	14.28%
テルピネオール	7.14%
トリエチレングリコール	7.14%

10

【 0 1 0 2 】

実施例 1 6 - ペーストの印刷

実施例 8 のペーストを、A U / N i フィニッシュを有するダイレクトボンドカップー (D B C) 上に、7 m m * 7 m m の開口サイズを有する 3 ミルのステンシルを用いて印刷した。印刷表面は、起伏が無い全く平坦であることを観察した。印刷層の厚さは、約 7 5 μ m であった。

20

【 0 1 0 3 】

ボックスオープン中においてフィルムを 1 6 0 ° で 9 0 分間加熱することにより、印刷層を焼結した。S E M は、良好な充填率を有する銀ナノ粒子のネッキングを示した。

【 0 1 0 4 】

実施例 1 7 - フィルムの準備

実施例 2 のペーストを、シリコン被覆のポリエステルシート上に印刷した。次いで、ホットプレート / ボックスオープンにおいて 1 3 0 ° で 3 0 分間加熱した。得られたフィルムをシートから取り外し、自立したフィルムとして用いることができた。図 8 は、濡れている印刷状態の (a s p r i n t e d) フィルム、およびまたポリエステルシートから取り外された後の自立した乾燥フィルム状態のフィルムを示す。ポリエステルシートから取り外された後のフィルムにクラックは見られなかった。乾燥フィルムの厚さは、約 7 2 μ m であった。

30

【 0 1 0 5 】

次いで、その銀フィルムをシリコンゴム上に置いた。3 m m * 3 m m のダイを、ダイボンダーを用いて、1 3 0 ° で 1 秒間 2 M P a の圧力を加えることにより、フィルムの上に貼った。

【 0 1 0 6 】

実施例 1 8 - ペーストのディスペンス

実施例 1 5 のペーストを、ノードソンの A u g e r V a l v e を用いてディスペンスした。以下がディスペンスのための設定パラメーターであった。

40

針のサイズ：2 2 ゲージ

圧力：1 B a r

ディスペンスのタイプ：点およびパターン

ディスペンスの時間：0 . 1 5 秒

【 0 1 0 7 】

ディスペンスしたパターンの形態を、キーエンスの顕微鏡を用いて観察した (図 9 参照) 。全てのディスペンスしたドットおよびディスペンスしたパターンが、それぞれ同じ直径 (~ 5 2 0 ミクロン) および同じ長さ (2 . 3 m m) のものであることが確かめられた。その後、ディスペンスしたパターンの体積がコーヨンの機器を用いて調べられ (図 1 0

50

参照)、均一なディスペンスのデポジットおよび高さ(63.6ミクロン~67.2ミクロン)を示している

【0108】

実施例 19

テルピネオール5.55gをシュウ酸銀1.48gと混合した。この混合物に実施例1の粉末30gを加え、オービタルミキサーにより1000rpmで混合した。混合後、混合物を3本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0109】

【表20】

ペーストの組成

成分	重量%
銀粉末	81%
シュウ酸銀	4%
テルピネオール	15%

10

【0110】

実施例 20

テルピネオール1.39g、プロピレングリコール2.08g、メチルジオール2.08gを、シュウ酸銀1.48gと混合した。この混合物に実施例1の粉末30gを加え、オービタルミキサーにより1000rpmで混合した。混合後、混合物を3本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

20

【0111】

【表21】

ペーストの組成

成分	重量%
銀粉末	81%
シュウ酸銀	4%
プロピレングリコール	5.61%
メチルジオール	5.61%
テルピネオール	3.78%

30

【0112】

実施例 21

テルピネオール0.925g、プロピレングリコール1.39g、メチルジオール1.39gを、シュウ酸銀3.33gと混合した。この混合物に実施例1の粉末30gを加え、オービタルミキサーにより1000rpmで混合した。混合後、混合物を3本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0113】

【表22】

ペーストの組成

成分	重量%
銀粉末	81%
シュウ酸銀	9%
プロピレングリコール	3.75%
メチルジオール	3.75%
テルピネオール	2.5%

40

【0114】

実施例 22

50

テルピネオール 0.9 g、プロピレングリコール 1.35 g、メチルジオール 1.35 g を、シュウ酸銀 7.2 g と混合した。この混合物に実施例 1 の粉末 25.2 g を加え、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0115】

【表 23】

ペーストの組成

成分	重量%
銀粉末	70%
シュウ酸銀	20%
プロピレングリコール	3.75%
メチルジオール	3.75%
テルピネオール	2.5%

10

【0116】

実施例 23

ラウリン酸 0.074 g をシュウ酸銀 2.59 g と混合した。これにテルピネオール 1.85 g、プロピレンカーボネート 2.22 g、過酸化水素 0.296 g を加えて混合した。この混合物に実施例 1 の粉末 30 g を加えて、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

20

【0117】

【表 24】

ペーストの組成

成分	重量%
銀粉末	81%
シュウ酸銀	7%
ラウリン酸	0.2%
プロピレンカーボネート	6.00%
テルピネオール	5.00%
過酸化水素	0.8%

30

【0118】

実施例 24

ラウリン酸 0.074 g をシュウ酸銀 3.33 g と混合した。これにテルピネオール 1.85 g、プロピレンカーボネート 1.48 g、過酸化水素 0.296 g を加えて混合した。この混合物に実施例 1 の粉末 30 g を加えて、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0119】

【表 25】

ペーストの組成

成分	重量%
銀粉末	81%
シュウ酸銀	9%
ラウリン酸	0.2%
プロピレンカーボネート	4.00%
テルピネオール	5.00%
過酸化水素	0.8%

40

50

【 0 1 2 0 】

実施例 2 5

ラウリン酸 0.074 g をシュウ酸銀 2.96 g と混合した。これにテルピネオール 2.03 g、プロピレンカーボネート 1.67 g、過酸化水素 0.296 g を加えて混合した。この混合物に実施例 1 の粉末 30 g を加えて、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【 0 1 2 1 】

【表 2 6】

ペーストの組成

成分	重量%
銀粉末	81%
シュウ酸銀	8%
ラウリン酸	0.2%
プロピレンカーボネート	4.5%
テルピネオール	5.48%
過酸化水素	0.8%

10

【 0 1 2 2 】

実施例 2 6

ラウリン酸 0.074 g をシュウ酸銀 2.96 g と混合した。これにテルピネオール 2.58 g、プロピレンカーボネート 1.11 g、過酸化水素 0.296 g を加えて混合した。この混合物に実施例 1 の粉末 30 g を加えて、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

20

【 0 1 2 3 】

【表 2 7】

ペーストの組成

成分	重量%
銀粉末	81%
シュウ酸銀	8%
ラウリン酸	0.2%
プロピレンカーボネート	3.0%
テルピネオール	6.98%
過酸化水素	0.8%

30

【 0 1 2 4 】

ペーストの特性を下の表に提示する。

【 0 1 2 5 】

【表 2 8】

ペーストの特性

比熱	0.27 J/gK
熱拡散率	99.5 mm ² /s
熱伝導率	223.6 W/mK
密度	8.65 g/cm ³
2 rpm における 粘度 (Pas)	50 (± 10%)
粘着性(gf)	95 (± 10%)

40

【 0 1 2 6 】

50

この実施例のペーストは、良好な印刷特性を示す。このペーストを用いてダイアタッチした材料の断面は優れた充填率を示し、接合強度は約 20 MPa であった。

【0127】

実施例 27

ラウリン酸 0.212 g をシュウ酸銀 3.59 g と混合した。これにテルピネオール 5.89 g、プロピレンカーボネート 4.85 g、過酸化水素 0.859 g を加えて混合した。この混合物に実施例 1 の粉末 30 g を加えて、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0128】

【表 29】

ペーストの組成

成分	重量%
銀粉末	69.99%
シュウ酸銀	6.99%
ラウリン酸	0.413%
プロピレンカーボネート	9.45%
テルピネオール	11.48%
過酸化水素	1.674%

10

20

【0129】

実施例 28

ラウリン酸 0.174 g をシュウ酸銀 4.61 g と混合した。これにテルピネオール 4.86 g、プロピレンカーボネート 4 g、過酸化水素 0.708 g を加えて混合した。この混合物に実施例 1 の粉末 30 g を加えて、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0130】

【表 30】

ペーストの組成

成分	重量%
銀粉末	72.01%
シュウ酸銀	9.00%
ラウリン酸	0.34%
プロピレンカーボネート	7.8%
テルピネオール	9.47%
過酸化水素	1.38%

30

【0131】

実施例 29

ラウリン酸 0.074 g を乳酸銀 2.96 g と混合した。これにテルピネオール 2.58 g、プロピレンカーボネート 1.11 g、過酸化水素 0.296 g を加えて混合した。この混合物に実施例 1 の粉末 30 g を加えて、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

40

【0132】

【表 3 1】

ペーストの組成

成分	重量%
銀粉末	81%
乳酸銀	8%
ラウリン酸	0.2%
プロピレンカーボネート	3.0%
テルピネオール	6.98%
過酸化水素	0.8%

10

【0 1 3 3】

実施例 3 0

ラウリン酸 0.074 g を乳酸銀 7.4 g と混合した。これにテルピネオール 2.59 g、プロピレンカーボネート 1.11 g、過酸化水素 0.296 g を加えて混合した。この混合物に実施例 1 の粉末 25.55 g を加えて、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0 1 3 4】

【表 3 2】

ペーストの組成

成分	重量%
銀粉末	69%
乳酸銀	20%
ラウリン酸	0.2%
プロピレンカーボネート	3.0%
テルピネオール	7.0%
過酸化水素	0.8%

20

【0 1 3 5】

実施例 3 1

実施例 1 の粉末 85 ~ 90 % および脂肪酸 0 ~ 1 % を瓶 A 中で混合した。他の瓶 B 中で、プロピレンカーボネート 0 ~ 3 %、テルピネオール 3 ~ 8 %、トリエチレングリコール 3 ~ 8 % および有機過酸化物 0 ~ 2 % を混合した。瓶 A からの混合物を瓶 B に加えて、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

30

【0 1 3 6】

実施例 3 2

実施例 1 の粉末 80 ~ 85 %、銀化合物 0 ~ 5 % および脂肪酸 0 ~ 1 % を瓶 A 中で混合した。他の瓶 B 中で、プロピレンカーボネート 0 ~ 3 %、テルピネオール 3 ~ 8 %、トリエチレングリコール 7 ~ 10 % および有機過酸化物 0 ~ 2 % を混合した。瓶 A からの混合物を瓶 B に加えて、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

40

【0 1 3 7】

実施例 3 3

実施例 1 の粉末 85 ~ 90 %、銀化合物 0 ~ 5 % および脂肪酸 0 ~ 1 % を瓶 A 中で混合した。他の瓶 B 中で、プロピレンカーボネート 0 ~ 3 %、テルピネオール 3 ~ 8 %、トリエチレングリコール 3 ~ 8 % および有機過酸化物 0 ~ 2 % を混合した。瓶 A からの混合物を瓶 B に加えて、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0 1 3 8】

50

実施例 3 4

実施例 1 の粉末 75 ~ 80 %、銀化合物 0 ~ 5 % および脂肪酸 0 ~ 1 % を瓶 A 中で混合した。他の瓶 B 中で、プロピレンカーボネート 0 ~ 3 %、テルピネオール 3 ~ 8 %、トリエチレングリコール 6 ~ 12 % および有機過酸化物 0 ~ 5 % を混合した。瓶 A からの混合物を瓶 B に加えて、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0139】

実施例 3 4

実施例 1 の粉末 80 ~ 85 %、銀化合物 5 ~ 10 % および脂肪酸 0 ~ 1 % を瓶 A 中で混合した。他の瓶 B 中で、プロピレンカーボネート 0 ~ 5 %、テルピネオール 0 ~ 5 %、トリエチレングリコール 3 ~ 7 % および有機過酸化物 0 ~ 2 % を混合した。瓶 A からの混合物を瓶 B に加えて、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

10

【0140】

実施例 3 5

0.3 M の $AgNO_3$ 溶液を水溶媒で作成した。 $AgNO_3$ 水溶液に還元剤を滴下した。溶液を常温で 1 時間攪拌した。還元剤の添加により銀が析出を始め、上澄み液が完全に無色になる。次いで、フナー漏斗を用いて溶液混合物を濾過した。次いで、過剰な銀塩および還元剤を取り除くように、得られたミクロン銀粉末を水で洗浄した。次いで、水を完全に取り除くことを確実にするように、アセトンで最後の洗浄を行った。その後、SEM を用いて得られた粉末の特徴を明らかにし、それは約 600 nm ~ 1 ミクロンの粒径を示した。

20

【0141】

実施例 3 6

実施例 1 の粉末と実施例 3 5 の粉末との混合物（約 90 重量 % の実施例 1、約 10 重量 % の実施例 3 5）80 ~ 85 %、乳酸銀 5 ~ 10 % およびラウリン酸 0 ~ 1 % を瓶 A 中で混合した。他の瓶 B 中で、プロピレンカーボネート 0 ~ 5 %、テルピネオール 0 ~ 5 %、トリエチレングリコール 3 ~ 7 % および有機過酸化物 0 ~ 2 % を混合した。瓶 A からの混合物を瓶 B に加え、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

30

【0142】

実施例 3 7

実施例 3 5 の粉末 85 ~ 90 %、乳酸銀 5 ~ 10 % およびラウリン酸 0 ~ 1 % を瓶 A 中で混合した。他の瓶 B 中で、プロピレンカーボネート 0 ~ 3 %、テルピネオール 3 ~ 8 %、トリエチレングリコール 3 ~ 8 % および有機過酸化物 0 ~ 2 % を混合した。瓶 A からの混合物を瓶 B に加えて、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

【0143】

実施例 3 8

実施例 3 5 の粉末 80 ~ 85 %、乳酸銀 5 ~ 10 % およびラウリン酸 0 ~ 1 % を瓶 A 中で混合した。他の瓶 B 中で、プロピレンカーボネート 0 ~ 5 %、テルピネオール 0 ~ 5 %、トリエチレングリコール 3 ~ 7 % および有機過酸化物 0 ~ 2 % を混合した。瓶 A からの混合物を瓶 B に加えて、オービタルミキサーにより 1000 rpm で混合した。混合後、混合物を 3 本ロールミルで数分間混練して均一なペーストを得た。

40

【0144】

実施例 3 9 - ペーストの印刷

印刷の精細度（または、印刷品位、*print definition*）：

実施例 3 1 のペーストを、AU/Ni フィニッシュを有するダイレクトボンド銅（DBC）上に、3 mm * 3 mm の開口サイズを有する 3 ミルのステンシルを用いて印刷した。印刷表面は、起伏が無い全く平坦であったことを観察した。印刷層の厚さは、約 7

50

5 μm であった。

【0145】

ダイの配置：

金で金属被覆された（または、メタライズされた、*metalized*）シリコンダイを、ダイボンダーを用いて印刷したパターン上に配置した。後のグラフに示されるようにコーヨンの8030により均一な印刷のデポジットを確認した。その後、異なる温度プロファイルで焼結のためにボックスオープン中にビヒクルを保持した。

【0146】

温度プロファイル：

金の被覆で金属被覆されたシリコンダイを、制御したZ方向の高さを用いるダイボンダーを利用して配置し、ボックスオープン中で180、200、225 および250で焼結した。225 以後で加熱した場合、接合強度が減少することが分かった。

【0147】

この実施例において、260 の高温のダイのせん断が約50%の減少を示すため、200 が最適化された焼結温度であると考えられる。

【0148】

焼結層の断面：

上述のダイアタッチした材料の断面は、両界面（ダイ側および基材上側）において銀ナノ粒子の良好な拡散を示す。SEMは、非常に良好なネッキングの現象と共に非常に良好な充填率を示している。

【0149】

ディスペンストポロジー（または、ディスペンスされたペーストの形態、*Dispense topology*）：

また上述の実施例のペーストを、ノードソンEFDのディスペンサーを用いてディスペンスした。ナノ銀ペーストを0.8 barの圧力および40 mm/secでリードフレーム上にディスペンスした。

【0150】

ダイの配置：

金で金属被覆されたシリコンダイを、ダイボンダーを用いてディスペンスしたパターン上に配置した。均一なディスペンスを全体に渡って観察した。ボックスオープン中にビヒクルを保持した。得られたダイの平均せん断は、100%のパッドの被覆率を備えて約20~25 MPaであった。せん断を260で行ったとき、約20%の劣化が見られた。

【0151】

焼結層の断面：

上記のダイアタッチした材料の断面は、両界面（ダイ側および基材側上）において銀ナノ粒子の良好な拡散を示す。SEMは、約20ミクロンの接合線の厚さを示している。

【0152】

認識されるであろうように、本明細書に開示の方法、粉末、ペーストおよびフィルムは、先行技術を上回る多くの恩典と関連している。とりわけ、ペーストを用いて印刷する際に、スランプ現象、ブリッジ、印刷のデポジット中のバブル、ブリードアウトおよび開口部の閉塞が無い。さらに、平坦なデポジットを有し、隅の折れが無くおよび起伏が無い80~90マイクロメートルの高さのペーストを提供することを可能にする。従って、バインダー（例えば、樹脂）を含むペーストの恩典は：

圧カレスの焼結

標準的なSMTラインにおける加工適性

平坦で均一な表面の形態

ダイのせん断強度の平均 > 20 MPa

界面破壊モードが無い

常温安定性 = 最低1ヶ月

温度サイクリング：1500サイクル以下を受容可能な接合強度

10

20

30

40

50

(- 4 0 ~ + 1 2 5 、 1 0 分 の ド ウ ェ ル 時 間)

ニードルディスペンスおよびジェットディスペンスが可能
フィルム形成の要素

を含む。

【 0 1 5 3 】

上記の恩典に加えて、有機銀化合物を含むペーストは、以下に挙げられるいくつかのさらなる恩典を有する：

高いダイのせん断力 (2 5 ~ 4 5 M P a)
高熱伝導率 (> 2 0 0 W / m K)
ピン転写可能
良好な高温特性

10

【 0 1 5 4 】

以下の非限定的な用途 A ~ H に関連して、一例を挙げて、焼結粉末、焼結ペーストおよび焼結フィルムをさらに説明する。

【 0 1 5 5 】

A . 半 導 体 ダ イ (フ リ ッ プ チ ッ プ ボ ン デ ィ ン グ ま た は ワ イ ヤ ボ ン デ ィ ン グ の ど ち ら で も) の 、 D B C (ダ イ レ ク ト ボ ン ド カ ッ パ ー) 、 D P C (ダ イ レ ク ト プ レ ー ト カ ッ パ ー) 、 M C P C B (金 属 コ ア P C B) 、 F R 4 、 銅 の リ ー ド フ レ ー ム 、 フ レ キ シ ブ ル P C B お よ び フ レ キ シ ブ ル 基 材 、 銅 の ヒ ー ト シ ン ク お よ び ア ル ミ ニ ウ ム の ヒ ー ト シ ン ク 、 フ ィ ッ ス チ ャ 等 の よ う な 様 々 な 基 材 上 へ の 取 り 付 け 。 用 途 は 、 様 々 な 化 合 物 の 半 導 体 材 料 か ら 作 ら れ る L E D ダ イ (例 え ば 、 横 型 、 縦 型 薄 膜 ま た は フ リ ッ プ チ ッ プ 型 の 発 光 ダ イ オ ー ド) 、 シ リ コ ン か ら 作 ら れ る パ ワ ー ダ イ 、 高 濃 度 の 光 起 電 性 の 化 合 物 の 半 導 体 セ ル (例 え ば 多 接 合 電 池) 、 パ ワ ー モ ジ ュ ー ル に 用 い ら れ る シ リ コ ン カ ー バ イ ド お よ び 窒 化 ガ リ ウ ム 、 お よ び デ ィ ス ク リ ー ト 、 全 て の 型 の M E M S (マ イ ク ロ 電 気 化 学 セ ン サ ー) 装 置 、 半 導 体 ダ イ お よ び ス タ ッ ク ダ イ 、 基 材 へ の 熱 電 材 料 の 素 子 の ア タ ッ チ 、 同 様 に 圧 電 素 子 ス タ ッ ク の ア タ ッ チ 、 お よ び 水 晶 発 振 器 の ア タ ッ チ 並 び に 光 学 セ ン サ ー お よ び 他 の セ ン サ ー 装 置 の ア タ ッ チ を 含 む 。 そ の よ う な 半 導 体 ま た は 他 の ダ イ 素 子 の ア タ ッ チ は 、 基 材 上 へ の 印 刷 に よ り 達 成 さ れ て よ く 、 ダ イ ボ ン ダ ー ま た は ピ ッ ク ア ン ド プ レ ー ス マ シ ン に よ る ダ イ の 配 置 、 リ フ ロ ー オ ー プ ン 、 そ の 後 に ベ ル ト オ ー プ ン ま た は ボ ッ ク ス オ ー プ ン の い ず れ か に お け る 焼 結 が 続 く 。 そ の よ う な 半 導 体 お よ び ダ イ 素 子 の ア タ ッ チ は ま た 、 ペ ー ス ト の デ ィ ス ペ ン ス に よ り 達 成 さ れ る こ と が で き 、 そ の 後 に 上 記 に 概 要 を 述 べ た ダ イ の 配 置 お よ び 焼 結 が 続 き 、 ま た は フ ィ ル ム 転 写 お よ び 前 記 材 料 か ら 作 ら れ る フ ィ ル ム の ダ イ の 裏 面 に お け る ラ ミ ネ ー シ ョ ン を 行 い 、 基 材 へ の ダ イ の 配 置 お よ び タ ッ キ ン グ が 後 に 続 き 、 そ の 後 に 焼 結 が 続 く 。 フ リ ッ プ チ ッ プ ダ イ は 、 基 材 上 の パ ン プ の 印 刷 、 ダ イ の 配 置 、 そ れ に 続 く 焼 結 に よ り 組 立 が で き る 。 低 温 焼 結 お よ び 通 常 の 短 い 鉛 フ リ ー リ フ ロ ー プ ロ ファ イ ル を 伴 う 焼 結 は 、 感 温 材 料 (ま た は 、 温 度 感 受 性 材 料 、 t e m p e r a t u r e s e n s i t i v e m a t e r i a l) の ス タ ッ ク だ け で な く 、 高 C T E ミ ス マ ッ チ ス タ ッ ク (h i g h C T E m i s m a t c h s t a c k) の 組 立 を 可 能 に す る 。 そ の よ う な 用 途 に お い て 本 明 細 書 に 開 示 の 焼 結 粉 末 の 主 要 な 恩 典 は 、 現 存 の 標 準 的 な 設 備 機 器 (印 刷 装 置 、 ダ イ ボ ン ダ ー お よ び リ フ ロ ー / ベ ル ト オ ー プ ン の よ う な) を 用 い つ つ 短 い サ イ ク ル タ イ ム を 有 す る 改 善 さ れ た ス ル ー プ ッ ト で あ る 。

20

30

40

【 0 1 5 6 】

B . 様 々 な タ イ プ の 半 導 体 パ ッ ケ ー ジ (例 え ば L G A 、 Q F N 、 Q F P の よ う な 例 え ば ボ ト ム タ ー ミ ネ ー シ ョ ン の 部 品 (b o t t o m t e r m i n a t i o n c o m p o n e n t)) の 、 例 え ば D B C (ダ イ レ ク ト ボ ン ド カ ッ パ ー) 、 D P C (ダ イ レ ク ト プ レ ー ト カ ッ パ ー) 、 M C P C B (金 属 コ ア P C B) 、 F R 4 、 フ レ キ シ ブ ル P C B お よ び フ レ キ シ ブ ル 基 材 、 銅 の ヒ ー ト シ ン ク お よ び ア ル ミ ニ ウ ム の ヒ ー ト シ ン ク 、 フ ィ ッ ス チ ャ 等 の よ う な 様 々 な 基 材 上 へ の 取 り 付 け 。 用 途 は 、 様 々 な 型 の L E D パ ッ ケ ー ジ (例 え ば 、 セ ラ ミ ッ ク サ ブ マ ウ ン ト L E D 、 リ ー ド フ レ ー ム 構 造 を 有 す る S M D L E D 等) 、 パ ワ ー モ ジ ュ ー ル 、 お よ び デ ィ ス ク リ ー ト 、 全 て の 型 の M E M S (マ イ ク ロ 電 気 化 学 セ ン サ ー) パ

50

パッケージ、半導体パッケージおよびスタックダイパッケージ、基材への熱電材料の素子のアタッチ、同様に圧電素子スタックのアタッチ、および水晶発振器のアタッチ並びに光学センサーおよび他のセンサー装置のアタッチを含む。そのような半導体パッケージまたは他のパッケージのアタッチは、基材上への印刷により達成されることができ、Z方向の高さの調整および/または圧力性能を有する標準的なピックアンドブレースマシンによるパッケージの配置、およびリフローオープン、ベルトオープンまたはボックスオープンのいずれかにおける焼結が後に続く。低温焼結および通常の短い鉛フリーリフロープロファイルを伴う焼結は、感温材料スタックだけでなく、高CTEミスマッチスタックの組立を可能にする。そのような用途において本明細書に開示の焼結粉末の主要な恩典は、現存の標準的な設備機器（印刷装置、ダイボンダーおよびリフロー/ベルトオープンのような）を用いつつ短いサイクルタイムを有する改善されたスループットである。

10

【0157】

C. フリップチップ相互接続と別々および一緒の相互接続線（電気回路、パッド等）の製造。例えば、相互接続線の用途はLED基板および照明を含み、相互接続線が様々な印刷（例えばステンシル印刷）またはディスペンスまたは噴射技術により適用されることができる。LED用途の場合、そのような相互接続は、電気伝導装置および熱伝導装置の両方として働くことができ、電子を装置へまたは装置から運び、また熱を装置から運び出す。さらに、そのような相互接続線は、フリップチップボンディングまたはワイヤボンディングした装置のアタッチのための相互接続を用いて同じ工程において直接適用されることができる。そのような相互接続の他の例は、太陽電池（シリコン基板または薄膜基板のどちらでも）であり、グリッドパターンにおける相互接続は、発生した電子を集めるのに用いることができ、また1つのセルを他のセルに接続することができる。そのような用途の他の例はOLED装置であり、そのような相互接続線のグリッドは透明な導電性フィルムの電気伝導率を高めるのに用いることができる。

20

【0158】

D. 印刷可能なペーストおよびフィルムの両方に基づく、ウェハ対ウェハの接合層。低温（250より下）におけるウェハ対ウェハの接合に対する重要な要求があり、接合層は接合後の非常に高い温度特性を示す。LEDウェハの接合の場合、例えば、薄膜フリップチップまたは横型薄膜または頂点を切り落とした逆ピラミッド型のLEDのいずれかの関連において達成されることができ、CTEミスマッチおよびそれゆえに歪みおよび欠陥の発生を最小化しながら、光放出および装置の電気効率を高めるための様々な進歩した材料を用いる高温での後処理を可能にする。さらに、高温並びに接合層の高熱伝導率および高電気伝導率は、他の利点の中でも、優れた熱移動、装置の高温作動および優れた電流広がりを可能にする。そのようなウェハの接合は、ウェハの裏側上で前記材料のフィルムのラミネーションにより達成されることができ、加熱処理および標準的なウェハボンダーまたはプレスによる圧処理が後に続く。処理をする他の方法は、ウェハの裏側上のペーストのコンフォーマル層の印刷を含み、温度および圧力の条件下で、乾燥および標準的なウェハボンダーまたはプレスによる接合が後に続く。そのようなウェハの接合に対する用途は、パワー半導体ウェハ、スルーシリコンビア（TSV）用途、スタックダイの用途、MEMS、熱電材料ウェハ、圧電材料、高濃度の光起電性の用途および他の用途を含む。低温焼結は、感温材料スタックだけでなく、高CTEミスマッチスタックの組立を可能にする。そのような用途において本明細書に開示の焼結粉末の主要な恩典は、現存の標準的な設備機器（印刷装置/ラミネーター、ウェハボンダーおよびリフロー/ベルトオープンのような）を用いつつ短いサイクルタイムを有する改善されたスループットである。

30

40

【0159】

E. 印刷可能なペーストおよびフィルムの両方に基づく、ウェハ裏面のラミネーション。所定の用途において、乾燥およびダイシングの前に、ペーストまたはフィルムの形状における本明細書に開示の焼結粉末と半導体ウェハの裏面をラミネートする必要がある。そのようなアプローチは、ダイシングテープ上にマウントしてダイシングする前に、ダイアタッチ材料をウェハに適用する便利な方法を提供できて、ラミネート前のSuperno

50

v a Nダイアタッチ材料と共にダイボンダーに移動することができる。そのようなアプローチに対する用途は、縦型または横型LED装置、パワーエレクトロニクス（パワーモジュールおよびディスクリート）に用いられる半導体ダイ、全ての型のMEMS（マイクロ電気化学センサー）パッケージ、半導体およびスタックダイパッケージおよび他の用途、熱電材料、圧電素子スタックのアタッチ、および水晶発振器のアタッチ並びに光学センサー装置のアタッチおよび他のセンサー装置のアタッチのような他の用途を含むことができる。

【0160】

F. LEDおよび光学的用途向けの反射層の印刷。LEDおよび他の光学系の光出力の向上およびそれゆえに発光効率の向上を提供するために、前記材料は、DBC（ダイレクトボンド銅）、DPC（ダイレクトプレート銅）、MCPCB（金属コアPCB）、FR4、フレキシブルPCBおよびフレキシブル基材、銅のヒートシンクおよびアルミニウムのヒートシンク、フィクスチャ等のような基材上へ反射層を印刷するのに用いられることができる。そのような反射層は、前記材料のステンシル印刷またはスクリーン印刷、噴射、ディスペンスまたはフィルムラミネーションにより形成することができる。そのような用途において本明細書に開示の焼結粉末の主要な恩典は、現存の標準的な設備機器（印刷装置/ラミネーター、ウェハボンダーおよびリフロー/ベルトオープンのような）を用いつつ短いサイクルタイムを有する改善したスループットである。

10

【0161】

G. LED、MEMS、光学センサーおよび水晶発振器、OLEDおよびPVの用途並びに一般的な半導体パッケージングに使われるパッケージ、周辺シール等のための気密封止および略気密封止。湿気の進入から装置を保護するために、LED、OLED、MEMSおよび薄膜PVパッケージの気密封止に対する重要な要求がある。前記材料は、適切な用途および焼結により気密封止または略気密封止の性質を示すことができる。前記材料は、ウェハの接合を伴うウェハレベル、またはフィルムのラミネーションおよび接合によるパッケージングプロセス、またはリッドまたはガラスまたはラミネートカバーのアタッチ並びに焼結が後に続くペーストの噴射/ディスペンスのいずれにおいても、上記の装置のための製造プロセスの様々な段階に適用されることができる。低温焼結および鉛フリーの規則的な短いリフロープロファイルを有する焼結は、感温材料スタックと同様に高CTE mismatchesの組立を可能にする。

20

30

【0162】

H. ACFの代替。前記材料のバンプのアレイは、ステンシル印刷、バンプ転写、または高速噴射のディスペンスにより基材に供給されることができる。そのようなアレイは、電気接点として働くのに用いることができ、明確な高度のアライメント無しに装置を組み立てる。低温焼結および鉛フリーの規則的な短いリフロープロファイルを有する焼結は、そのような用途を可能にする。そのような用途において本明細書に開示の焼結粉末の主要な恩典は、現存の標準的な設備機器（印刷装置/ラミネーター、ウェハボンダーおよびリフロー/ベルトオープンのような）を用いつつ短いサイクルタイムを有する改善したスループットである。

【0163】

以上の詳細にわたる記述は、説明および図を手段として提供されており、添付の特許請求の範囲を限定することを意図しない。本明細書に説明した現在の好ましい実施形態の多くのバリエーションは当業者にとって明確であろうし、添付の特許請求の範囲およびそれらの均等物の範囲内にある。

40

【 図 1 】

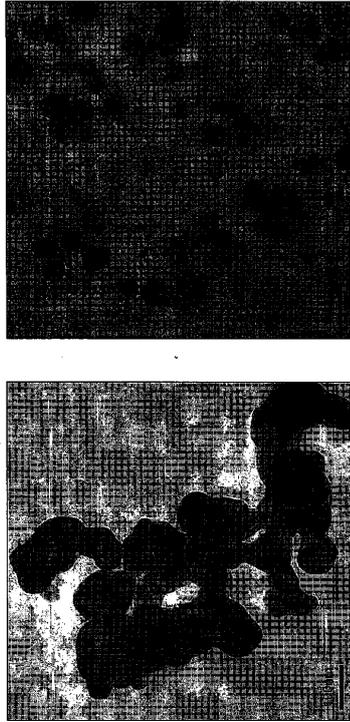


FIG. 1

【 図 2 】

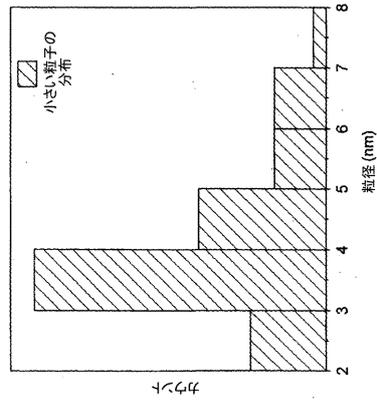
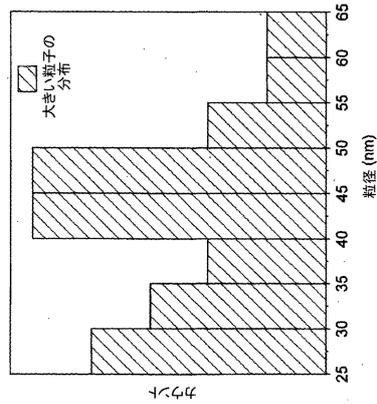


FIG. 2

【 図 3 】

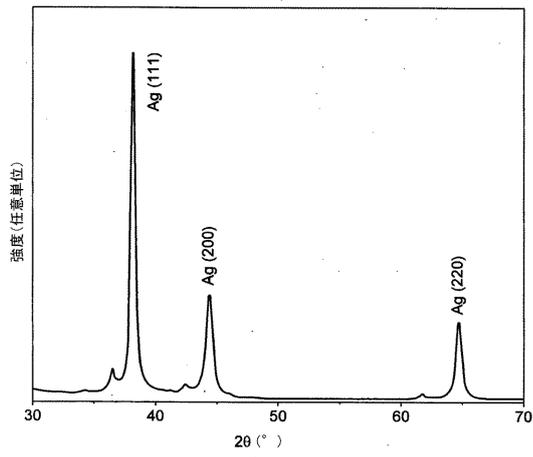


FIG. 3

【 図 4 】

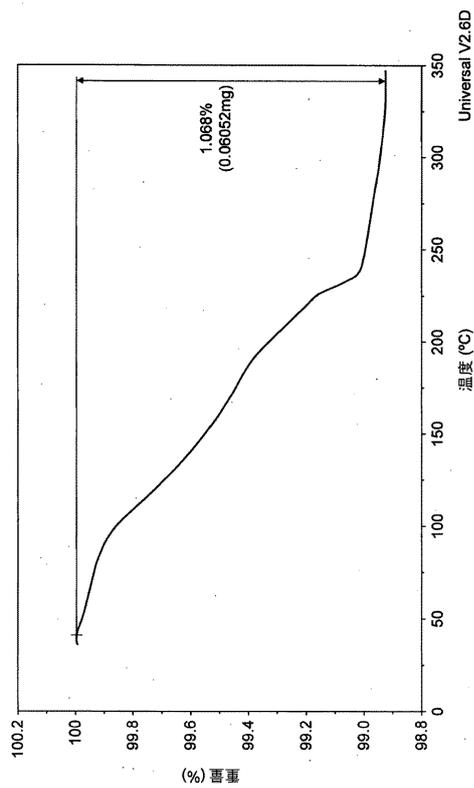


FIG. 4

【 図 5 】

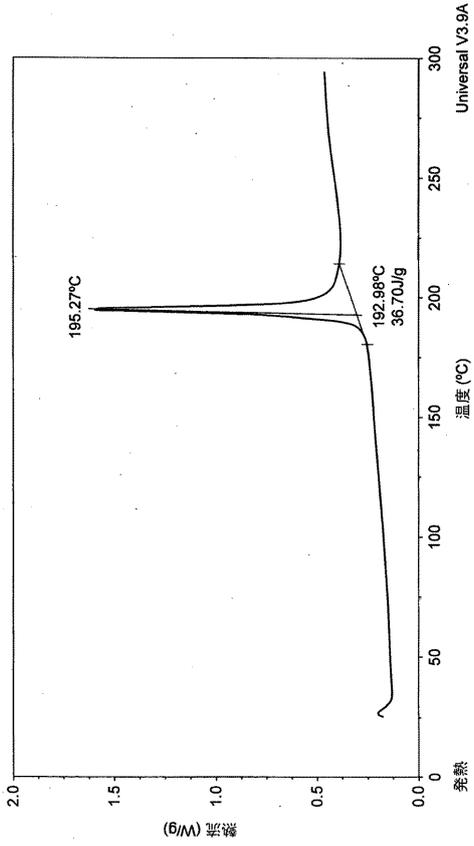


FIG. 5

【 図 6 】

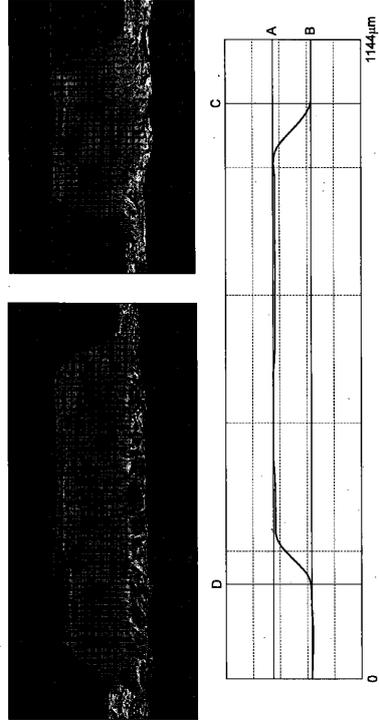


FIG. 6

【 図 7 】

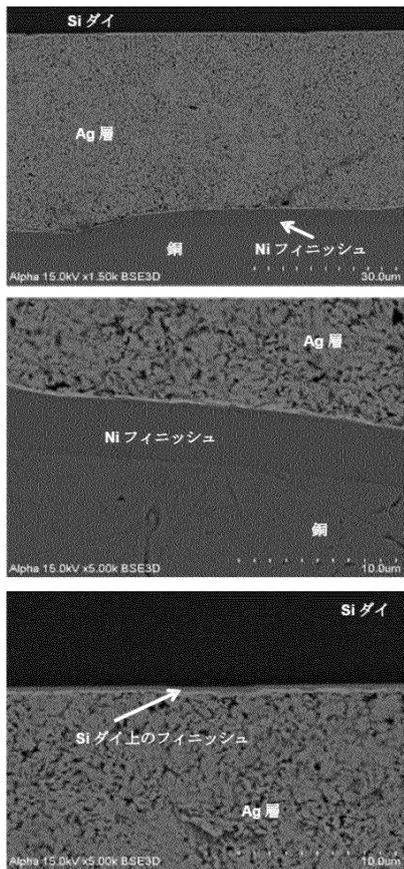


FIG. 7

【 図 8 - 1 】

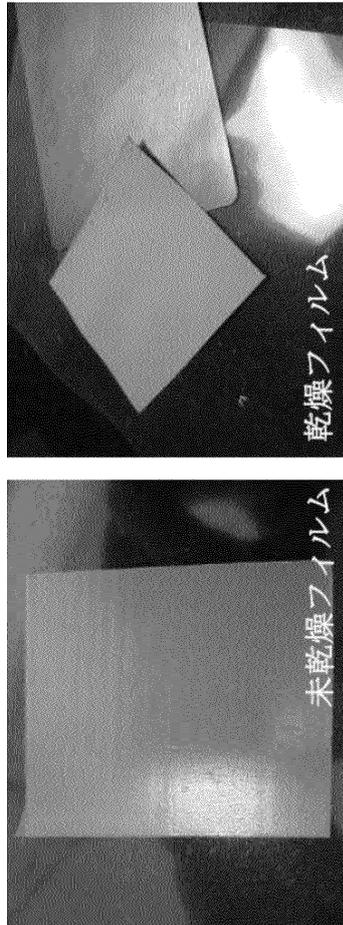
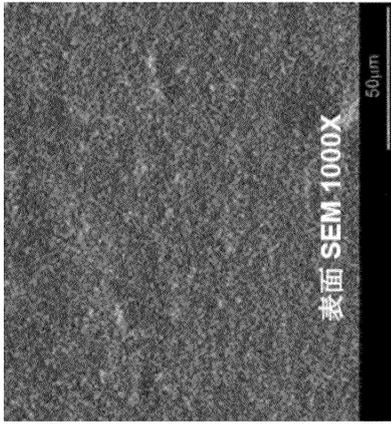
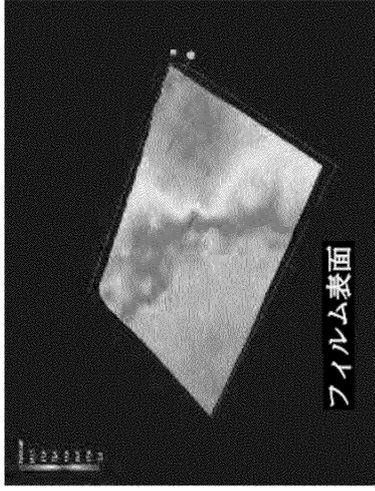


FIG. 8

【 図 8 - 2 】



【 図 9 - 2 】

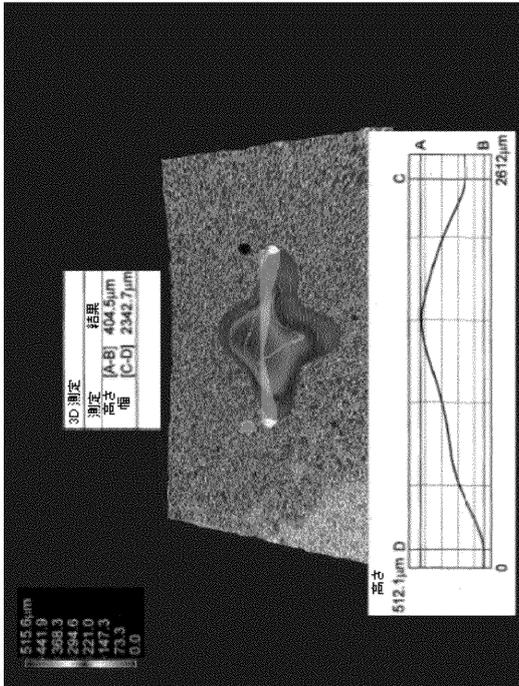


FIG. 9 Cont'd

【 図 9 - 1 】

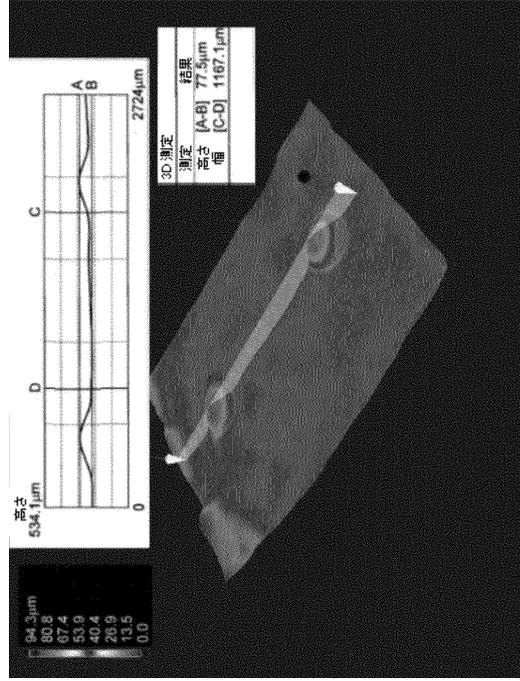


FIG. 9

【 図 10 - 1 】

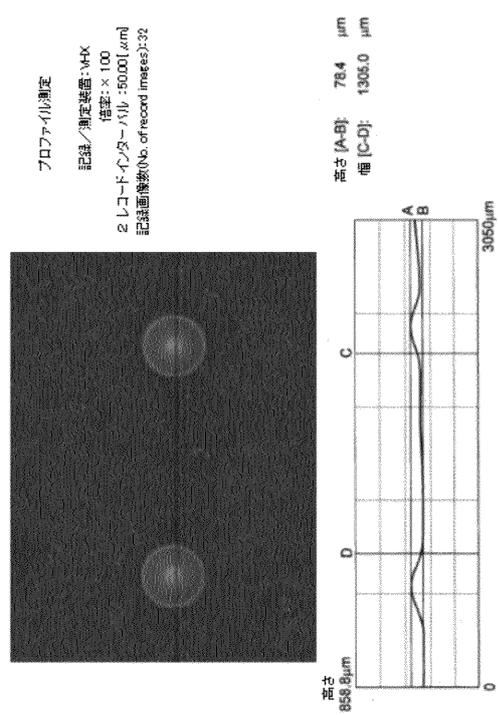
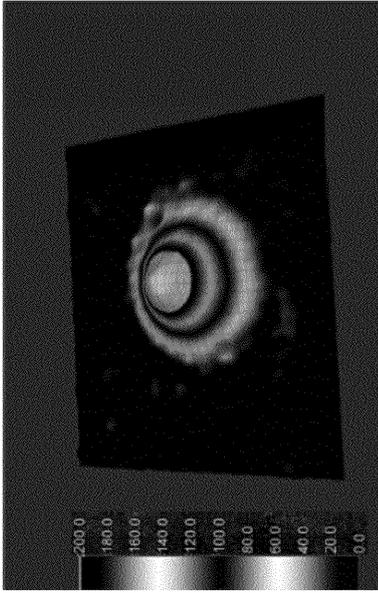


FIG. 10

【 図 1 0 - 2 】



結果: 36.4% (52094870.0 μ m³)
高さ: 63.6 μ m
面積: 72.7% (819034.7 μ m²)

FIG. 10 Cont'd

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No PCT/GB2013/052817

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. C01G5/00 B22F1/00 B22F7/08 B22F9/24 C09C1/62 C09C3/08 C22C1/04 ADD. According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C01G B22F C09C C22C Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	EP 2 420 336 A1 (UNIV YAMAGATA [JP]) 22 February 2012 (2012-02-22) claims 1-8 paragraphs [0002], [0031], [0060], [0061] example 1 -----	1-4, 9, 16-28 5-8, 10-15
X A	EP 1 339 073 A1 (HARIMA CHEMICALS INC [JP]; ULVAC INC [JP]) 27 August 2003 (2003-08-27) claims 1-19 paragraphs [0016] - [0020], [0001], [0023], [0030], [0035], [0046] - [0050], [0053] - [0056], [0074] - [0083] ----- -/--	1-15, 22-25 16-21, 26-28
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
23 January 2014		04/02/2014
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Gerwann, Jochen

1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/GB2013/052817

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 2 067 551 A1 (DOWA ELECTRONICS MATERIALS CO [JP]) 10 June 2009 (2009-06-10)	1-5,9, 12-15, 22-28
A	claims 1-8 paragraphs [0001], [0007], [0011], [0016], [0020], [0022], [0025], [0026], [0035] -----	6-8,10, 11,16,21
A	US 4 463 030 A (DEFFEYES ROBERT J [US] ET AL) 31 July 1984 (1984-07-31) claims 1-11 -----	1-28
A	WO 2009/012450 A1 (FRY METALS INC [US]; BOUREGHDA MONNIR [US]; DESAI NITIN [US]; LIFTON A) 22 January 2009 (2009-01-22) the whole document -----	1-28
A	EP 2 233 230 A1 (DOWA ELECTRONICS MATERIALS CO [JP]) 29 September 2010 (2010-09-29) claims 1-16 -----	1-28

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/GB2013/052817

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 2420336	A1	22-02-2012	CN 102395439 A EP 2420336 A1 JP 2010265543 A KR 20120041158 A TW 201041676 A US 2012043510 A1 WO 2010119630 A1	28-03-2012 22-02-2012 25-11-2010 30-04-2012 01-12-2010 23-02-2012 21-10-2010
EP 1339073	A1	27-08-2003	AT 525730 T AU 9026601 A CA 2426861 A1 CN 1478285 A EP 1339073 A1 JP 4155821 B2 TW 591095 B US 2004004209 A1 WO 0235554 A1	15-10-2011 06-05-2002 24-04-2003 25-02-2004 27-08-2003 24-09-2008 11-06-2004 08-01-2004 02-05-2002
EP 2067551	A1	10-06-2009	CN 101522344 A EP 2067551 A1 JP 5139659 B2 JP 2008081789 A KR 20090061017 A TW 200819395 A US 2010025639 A1 WO 2008038535 A1	02-09-2009 10-06-2009 06-02-2013 10-04-2008 15-06-2009 01-05-2008 04-02-2010 03-04-2008
US 4463030	A	31-07-1984	NONE	
WO 2009012450	A1	22-01-2009	CN 101803016 A EP 2171755 A1 HK 1147349 A1 JP 2010533984 A JP 2013070080 A KR 20100043245 A US 2009025967 A1 WO 2009012450 A1	11-08-2010 07-04-2010 01-02-2013 28-10-2010 18-04-2013 28-04-2010 29-01-2009 22-01-2009
EP 2233230	A1	29-09-2010	CN 101909786 A EP 2233230 A1 JP 2009161808 A KR 20100112555 A TW 200936276 A US 2010283013 A1 WO 2009087918 A1	08-12-2010 29-09-2010 23-07-2009 19-10-2010 01-09-2009 11-11-2010 16-07-2009

フロントページの続き

(51) Int. Cl.	F I			テーマコード (参考)
H 0 1 B 13/00 (2006.01)	H 0 1 B	1/22		B
B 2 2 F 1/00 (2006.01)	H 0 1 B	1/00		E
	H 0 1 B	1/00		K
	H 0 1 B	13/00	5 0 1 Z	
	B 2 2 F	1/00		K

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, T M), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, R S, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, H R, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG , NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US

- (72) 発明者 シャミック・ゴサル
アメリカ合衆国 0 7 0 8 0 ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード 1 0 9 番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- (72) 発明者 ランジット・パンダー
アメリカ合衆国 0 7 0 8 0 ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード 1 0 9 番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- (72) 発明者 オスカー・カセレフ
アメリカ合衆国 0 7 0 8 0 ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード 1 0 9 番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- (72) 発明者 ラビ・バトカル
アメリカ合衆国 0 7 0 8 0 ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード 1 0 9 番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- (72) 発明者 ラフル・ラウト
アメリカ合衆国 0 7 0 8 0 ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード 1 0 9 番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- (72) 発明者 パーワ・シン
アメリカ合衆国 0 7 0 8 0 ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード 1 0 9 番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- (72) 発明者 モルガーナ・ヒバス
アメリカ合衆国 0 7 0 8 0 ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード 1 0 9 番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- (72) 発明者 シウリ・サーカー
アメリカ合衆国 0 7 0 8 0 ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード 1 0 9 番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- (72) 発明者 スタパ・ムケルジー
アメリカ合衆国 0 7 0 8 0 ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード 1 0 9 番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- (72) 発明者 サティシュ・クマール
アメリカ合衆国 0 7 0 8 0 ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード 1 0 9 番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- (72) 発明者 レムヤ・チャンドラン
アメリカ合衆国 0 7 0 8 0 ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード 1 0 9 番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内

- (72)発明者 パバン・ビシュワナス
アメリカ合衆国07080ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード109番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- (72)発明者 アショク・パチャムス
アメリカ合衆国07080ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード109番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- (72)発明者 モンニル・ボーレグダ
アメリカ合衆国07080ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード109番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- (72)発明者 ニティン・デサイ
アメリカ合衆国07080ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード109番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- (72)発明者 アナ・リフトン
アメリカ合衆国07080ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード109番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- (72)発明者 ニルマルヤ・クマール・チャキ
アメリカ合衆国07080ニュージャージー州サウス・プレインフィールド、コーポレイト・ブルバード109番、フライズ・メタルズ・インコーポレイテッド内
- F ターム(参考) 4K017 AA03 AA08 BA02 CA07 CA08 DA01 DA07 EJ01 FB07
4K018 BA01 BB04 BB05 BC29 BD04 KA33
5G301 DA03 DA42 DD01 DD03 DD10 DE01
5G307 AA08